

JP04/15329

08.10.2004

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

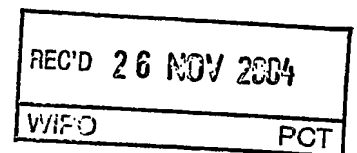
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日            2 0 0 3 年 1 0 月 1 7 日  
Date of Application:

出 願 番 号            特 願 2 0 0 3 - 3 5 8 3 1 2  
Application Number:  
[ST. 10/C] :            [ J P 2 0 0 3 - 3 5 8 3 1 2 ]

出      願      人            株 式 会 社 カ ネ カ  
Applicant(s):

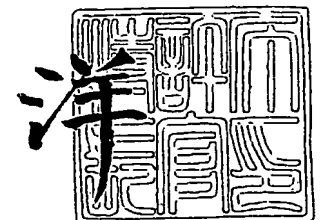


PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 4 年 1 1 月 1 2 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川



出証番号    出証特 2 0 0 4 - 3 1 0 2 3 5 7

【書類名】 特許願  
【整理番号】 B030363  
【提出日】 平成15年10月17日  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 D01F 6/92  
【発明者】  
    【住所又は居所】 兵庫県高砂市米田町塩市 2 0 - 1 2  
    【氏名】 増田 敏幸  
【特許出願人】  
    【識別番号】 000000941  
    【氏名又は名称】 鐘淵化学工業株式会社  
    【代表者】 武田 正利  
【手数料の表示】  
    【予納台帳番号】 005027  
    【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
    【物件名】 特許請求の範囲 1  
    【物件名】 明細書 1  
    【物件名】 要約書 1

**【書類名】特許請求の範囲****【請求項 1】**

人毛 (A) 10～90重量部とLOI値が25以上、かつ180℃の熱収縮率が5%以下であり、単繊維繊度が20～100dtexであるポリエステル系繊維 (B) 90～10重量部を混合した毛髪用繊維束。

**【請求項 2】**

前記 (B) 成分が、ポリアルキレンテレフタレートおよびポリアルキレンテレフタレートを主体とする共重合ポリエステル (C) とリン系難燃剤 (D) および/または臭素系難燃剤 (E) を熔融混練して得られる組成物から形成されたポリエステル系繊維である請求項 1 記載の毛髪用繊維束。

**【請求項 3】**

前記 (C) 成分が、ポリエチレンテレフタレート、ポリプロピレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ビスフェノール A のエチレングリコールエーテルを共重合したポリエステル、1,4-シクロヘキサジメタノールを共重合したポリエステル、5-ナトリウムスルホイソフタル酸ジヒドロキシエチルを共重合したポリエステル、ポリエチレンテレフタレートとポリエチレンナフタレートのポリマーアロイ、ポリエチレンテレフタレートとポリアリレートのポリマーアロイおよびポリエチレンテレフタレートとポリカーボネートのポリマーアロイよりなる群から選ばれた少なくとも 1 種のポリマーである請求項 1 または 2 記載の毛髪用繊維束。

**【請求項 4】**

前記 (D) 成分が、ホスフェート系化合物、ホスホネート系化合物、ホスフィネート系化合物、ホスフィンオキサイド系化合物、ホスホナイト系化合物、ホスフィナイト系化合物、ホスフィン系化合物、縮合リン酸エステル化合物、リン酸エステルアミド化合物および有機環状リン系化合物よりなる群から選ばれた少なくとも 1 種の化合物である請求項 1 または 2 記載の毛髪用繊維束。

**【請求項 5】**

前記 (E) 成分が、臭素含有リン酸エステル系難燃剤、臭素化ポリスチレン系難燃剤、臭素化ベンジルアクリレート系難燃剤、臭素化エポキシ系難燃剤、臭素化ポリカーボネート系難燃剤、テトラプロモビスフェノール A 誘導体、臭素含有トリアジン系化合物、臭素含有イソシアヌル酸系化合物よりなる群から選ばれた少なくとも 1 種の化合物である請求項 1 または 2 記載の毛髪用繊維束。

**【請求項 6】**

前記 (B) 成分が、有機微粒子 (F) および/または無機微粒子 (G) が混合された、繊維表面に微細な突起を有する請求項 1 または 2 記載の毛髪用繊維束。

**【請求項 7】**

前記 (F) 成分が、ポリアリレート、ポリアミド、フッ素樹脂、シリコン樹脂、架橋アクリル樹脂、架橋ポリスチレンよりなる群から選ばれた少なくとも 1 種である請求項 6 記載の毛髪用繊維束。

**【請求項 8】**

前記 (G) 成分が、炭酸カルシウム、酸化ケイ素、酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化亜鉛、タルク、カオリン、モンモリロナイト、ベントナイト、マイカよりなる群から選ばれた少なくとも 1 種である請求項 6 記載の毛髪用繊維束。

**【請求項 9】**

請求項 1～8 に記載の毛髪用繊維束を加工してなる頭飾製品。

**【請求項 10】**

頭飾製品が、ウィッグまたはヘアアクセサリである請求項 9 記載の頭飾製品。

## 【書類名】明細書

【発明の名称】カール特性の改善された毛髪用繊維およびそれからなる頭飾製品

## 【技術分野】

【0001】

本発明は、ウィッグまたはヘアアクセサリ等の頭飾製品として用いられ、カール特性を改善した毛髪用繊維およびそれからなる頭飾製品に関するものである。

## 【背景技術】

【0002】

人毛は、合成繊維に比べて高価であり、かつ、その使用量や長さに制限があるものの、優れた特性の点から、毛髪原料として以前より頭飾製品に用いられている。人毛に替わる毛髪原料としては、アクリル系繊維、塩化ビニル系繊維、ポリエステル系繊維などの合成繊維が使用されているが、人毛の自然な触感や艶には至っておらず、完全に代替できない状態である。一方、合成繊維に比べて人毛は吸水性があり、このため、吸水するとカールが伸びやすくカール径も大きくなるという問題がある。特に、大きなカールは吸水後の自重でカールが伸びて、ほとんどストレートになってしまう。さらに、現在使用されている人毛は、頭飾製品に適用される前に、キューティクルを化学処理により除去することに始まり、殺菌、脱色、染色、光沢付与など多くの処理工程を経るため、その間に損傷する場合があります。また、太さ、硬さ、長さ等の人種あるいは個人差があつて、常にその品質は一定ではなく、品質保証しなければならない工場製品の材料としては、必ずしも万全であるとは言えないのが実状である。

【0003】

このような人毛のカール特性の欠点やその品質むらを改善するため、人毛にカール特性に優れた合成繊維を混合する方法が考えられる。しかしながら、人毛には、風合いに優れ、フリッツし難く、カットし易いなどの特徴に加えて、難燃性、耐熱性等いくつかの優れた特性があり、この特性を損ねないようにする必要がある。例えば、人毛の場合、カールを付与させるのに、通常100℃以上のスチームセットや160℃以上のヘアアイロンによるセットが行われる。このとき、人毛は、ヘアアイロンでスタイリング後、冷却することなくスタイルを固定することができ、手間をかけずにスタイリングすることができる。一方、アクリル系繊維や塩化ビニル繊維は、難燃性には優れているが、人毛に比べて耐熱性が低く、ヘアアイロンによるセットは150℃程度が限界で、それ以上の温度でセットを行うと収縮や縮れが起こるが、人毛は通常180℃前後でセットされるため、人毛と混合して使用できない（特許文献1）。また、ポリエステル系繊維を人毛に混合する方法が提案されている（特許文献2）が、一般のポリエステル系繊維は燃え易いため、それを人毛に混合したものは燃焼し易く、頭飾製品としては、安全性に問題がある。難燃性を付与したポリエステル系繊維も開発されているが、ドリップ消火するものが主であり、やはり、頭飾製品としての安全性に欠ける。また、毛髪用繊維として、アクリル系繊維や塩化ビニル系繊維と同様に低温でセットし易いポリエステル系繊維も開発され、多く使用されているが、耐熱性が低下するため、人毛と混合して用いる場合、人毛に適した条件でセットを行うと収縮や縮れが起こる。さらに、ヘアアイロンを用いてスタイルを施す時、合成繊維は、ヘアアイロンでスタイリングした後に、ヘアアイロンを取り除き、スタイルを固定するため、手等でカールを数分間支持して冷却する時間が必要であり（使用される合成繊維は熱可塑性のため、冷却しないとカールが伸びてしまう）、ヘアアイロン処理の度にそれを行わなければならない、非常に手間がかかり実用的ではない。

【0004】

このように、前述した人毛の優れた特性を損なうことなく、その欠点を改善し、かつ、人毛に適した条件でセットを行うことが可能な、人毛と混合して頭飾製品として用いるのに適した、合成繊維が望まれていた。

【特許文献1】特開平2002-235256号公報

【特許文献2】登録実用新案第3021160号公報

## 【発明の開示】

**【発明が解決しようとする課題】****【0005】**

本発明は、難燃性、耐熱性、触感等人毛の特徴を損なうことなく、カール特性の欠点を改善し、品質斑の少ない毛髪用繊維およびそれらからなる頭飾製品を提供することを目的とする。

**【課題を解決するための手段】****【0006】**

本発明者らは、前記課題を解決するために鋭意検討を重ねた結果、難燃性と耐熱性を併せ持ったポリエステル系繊維を用い、それを適正な割合で人毛に混合する方法を見出し、本発明を完成するに至った。

**【0007】**

すなわち、本発明は、人毛(A) 10～90重量部とLOI値が25以上、かつ180℃の熱収縮率が5%以下であり、単繊維繊維度が20～100dtexであるポリエステル系繊維(B) 90～10重量部を混合した毛髪用繊維束であり、好ましくは、前記(B)成分が、ポリアルキレンエチレンテレフタレートおよびポリアルキレンエチレンテレフタレートを主体とする共重合ポリエステル(C)とリン系難燃剤(D)および/または臭素系難燃剤(E)を溶融混練して得られる組成物から形成されたポリエステル系繊維である毛髪用繊維束であり、前記(C)成分が、ポリエチレンテレフタレート、ポリプロピレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ビスフェノールAのエチレングリコールエーテルを共重合したポリエステル、1,4-シクロヘキサンジメタノールを共重合したポリエステル、5-ナトリウムスルホイソフタル酸ジヒドロキシエチルを共重合したポリエステル、ポリエチレンテレフタレートとポリエチレンナフタレートのポリマーアロイ、ポリエチレンテレフタレートとポリアリレートのポリマーアロイおよびポリエチレンテレフタレートとポリカーボネートのポリマーアロイよりなる群から選ばれた少なくとも1種のポリマーであり、前記(D)成分が、ホスフェート系化合物、ホスホネート系化合物、ホスフィネート系化合物、ホスフィンオキサイド系化合物、ホスホナイト系化合物、ホスフィナイト系化合物、ホスフィン系化合物、縮合リン酸エステル化合物、リン酸エステルアミド化合物および有機環状リン系化合物よりなる群から選ばれた少なくとも1種の化合物であり、前記(E)成分が、臭素含有リン酸エステル系難燃剤、臭素化ポリスチレン系難燃剤、臭素化ベンジルアクリレート系難燃剤、臭素化エポキシ系難燃剤、臭素化ポリカーボネート系難燃剤、テトラプロモビスフェノールA誘導体、臭素含有トリアジン系化合物、臭素含有イソシアヌル酸系化合物よりなる群から選ばれた少なくとも1種の化合物である上記記載の毛髪用繊維束に関する。

**【0008】**

さらに、前記(B)成分が、有機微粒子(F)および/または無機微粒子(G)が混合された、繊維表面に微細な突起を有する請求項1、2、6のいずれかに記載の毛髪用繊維束であり、前記(F)成分が、ポリアリレート、ポリアミド、フッ素樹脂、シリコン樹脂、架橋アクリル樹脂、架橋ポリスチレンよりなる群から選ばれた少なくとも1種であり、前記(G)成分が、炭酸カルシウム、酸化ケイ素、酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化亜鉛、タルク、カオリン、モンモリロナイト、ベントナイト、マイカよりなる群から選ばれた少なくとも1種である上記記載の毛髪用繊維束に関する。

**【0009】**

さらに、上記記載の毛髪用繊維束を加工してなる頭飾製品に関し、好ましくは、ウィッグまたはヘアアクセサリーである頭飾製品に関する。

**【発明の効果】****【0010】**

本発明によると、人毛の持つ難燃性、耐熱性、柔らかな触感、自然な艶、さらには、ヘアアイロンで冷却なしでカールが付与できる等の特徴を損なうことなく、かつ、人毛の欠点である吸水後にカールが弱くなる、カール径が大きくなる、シャンプーでカールが伸びやすい等の欠点が改善され、ラージカールのスタイルにも適用しやすく、かつ、よりきれ

いなスタイルの頭飾製品を得ることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

本発明において用いられる人毛(A)は、特に制限はなく、市販の人毛が使用できる。市販の人毛は、洗浄、キューティクル除去や脱色・染色処理などが施されており、触感や加工性を確保するため、シリコン系の仕上げ処理剤が使用されており、人毛本来の難燃性は保持されておらず、難燃性を有する毛髪用繊維束およびそれからなる頭飾製品を得るためには、高い難燃性を有する繊維をブレンド使用する必要がある。

【0012】

本発明の毛髪用繊維束に用いられるポリエステル系繊維(B)は、LOI値が25以上、かつ180℃の熱収縮率が5%以下であり、単繊維繊度が20~100d texである。ポリエステル系繊維(B)のLOI値が25未満になると次第に燃え易くなり、それだけではなく燃焼時に熔融滴下(ドリップ)して火傷の危険が発生する。また、ポリエステル系繊維(B)の180℃での熱収縮率が5%を超えるようなものでは、100℃以上のスチームセットや160℃以上のヘアアイロン処理で収縮したり、縮れが発生してしまう。

【0013】

上述した熱収縮率は、一般的に熱分析で用いる熱機械分析装置により、10mg/d tex以下の荷重をかけて、2~20℃/分の昇温速度で、室温~融点付近までの熱収縮率を測定することにより得られたものであるが、荷重、昇温速度によってその値が変動するため、本発明においては、荷重を5.55mg/d tex、昇温速度を3℃/分とした場合の熱収縮率とする。

【0014】

ポリエステル系繊維(B)の単繊維繊度は20~100d texであり、30~90d texが好ましく、40~80d texがより好ましい。繊度が20d tex未満であると、毛髪用としては柔らかすぎ、かつ、スタイリングが難しく、100d texを超えると硬くなる傾向にある。

【0015】

本発明において用いられるポリエステル系繊維(B)は、ポリエチレンテレフタレートを表とするポリエステル(C)に、例えば、リン系難燃剤(D)および/または臭素系難燃剤(E)を熔融混練して得られる組成物からの繊維や、ポリエステルの反応型リン系難燃剤を共重合させたポリエステルからの繊維を用いることができるが、難燃性や耐熱性だけでなく、燃焼時にドリップし難く、人毛に似た適度につや消しされた自然な艶等の毛髪用繊維として優れた特性を持つポリエステル系繊維が好ましい。

【0016】

本発明に用いられるポリアルキレンテレフタレートまたはポリアルキレンテレフタレートを主体とした共重合ポリエステル(C)としては、たとえばポリエチレンテレフタレート、ポリプロピレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレートなどのポリアルキレンテレフタレートおよび/またはこれらのポリアルキレンテレフタレートを主体とし、少量の共重合成分を含有する共重合ポリエステル、およびそれらとポリアリレート、ポリカーボネートなどとのポリマーアロイがあげられる。

【0017】

前記主成分とするとは、80モル%以上含有することをいう。

【0018】

前記共重合成分としては、たとえばイソフタル酸、オルトフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、パラフェニレンジカルボン酸、トリメリット酸、ピロメリット酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、スペリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ドデカン二酸などの多価カルボン酸、それらの誘導体、5-ナトリウムスルホイソフタル酸、5-ナトリウムスルホイソフタル酸ジヒドロキシエチルなどのスルホン酸塩を含むジカルボン酸、その誘導体、1,2-プロパンジオール、1,3-プロパンジオール、1,4-ブタンジオール、

1, 6-ヘキサンジオール、ネオペンチルグリコール、1, 4-シクロヘキサンジメタノール、ジエチレングリコール、ポリエチレングリコール、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール、4-ヒドロキシ安息香酸、ε-カプロラクトンなどがあげられる。

#### 【0019】

前記共重合ポリエステルは、通常、主体となるテレフタル酸および／またはその誘導体（たとえばテレフタル酸メチル）と、アルキレングリコールとの重合体に少量の共重合成分を含有させて反応させることにより製造するのが、安定性、操作の簡便性の点から好ましいが、主体となるテレフタル酸および／またはその誘導体（たとえばテレフタル酸メチル）と、アルキレングリコールとの混合物に、さらに少量の共重合成分であるモノマーまたはオリゴマー成分を含有させたものを重合させることにより製造してもよい。

#### 【0020】

前記共重合ポリエステルは、主体となるポリアルキレンテレフタレートの主鎖および／または側鎖に前記共重合成分が重縮合していればよく、共重合の仕方などには特別な限定はない。

#### 【0021】

前記ポリアルキレンテレフタレートを主体とした共重合ポリエステルの具体例としては、たとえばポリエチレンテレフタレートを主体とし、ビスフェノールAのエチレングリコールエーテルを共重合したポリエステル、1, 4-シクロヘキサンジメタノールを共重合したポリエステル、5-ナトリウムスルホイソフタル酸ジヒドロキシエチルを共重合したポリエステルなどがあげられる。

#### 【0022】

前記ポリアルキレンテレフタレートおよびその共重合ポリエステルは、1種で用いてもよく、2種以上を組み合わせて用いてもよい。これらのうちでは、ポリエチレンテレフタレート、ポリプロピレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、共重合ポリエステル（ポリエチレンテレフタレートを主体とし、ビスフェノールAのエチレングリコールエーテルを共重合したポリエステル、1, 4-シクロヘキサンジメタノールを共重合したポリエステル、5-ナトリウムスルホイソフタル酸ジヒドロキシエチルを共重合したポリエステルなど）が好ましく、これらは2種以上混合したものも好ましい。

#### 【0023】

(C) 成分の固有粘度としては、0.5～1.4であるのが好ましく、さらには0.6～1.2であるのが好ましい。固有粘度が0.5未満の場合、得られる繊維の機械的強度が低下する傾向が生じ、1.4をこえると、分子量の増大に伴い熔融粘度が高くなり、熔融紡糸が困難になったり、織度が不均一になる傾向が生じる。

#### 【0024】

本発明に用いられるリン系難燃剤(D)にはとくに限定はなく、一般に用いられているリン含有難燃剤であれば使用することができ、例えば、ホスフェート系化合物、ホスホネート系化合物、ホスフィネート系化合物、ホスフィンオキサイド系化合物、ホスホナイト系化合物、ホスフィナイト系化合物、ホスフィン系化合物、縮合リン酸エステル系化合物、リン酸エステルアミド化合物および有機環状リン系化合物が挙げられる。これらは1種で使用してもよく、2種以上を組み合わせて用いてもよい。

#### 【0025】

上記(D)成分の具体例としては、トリメチルホスフェート、トリエチルホスフェート、トリブチルホスフェート、トリ(2-エチルヘキシル)ホスフェート、トリフェニルホスフェート、トリクレジルホスフェート、トリキシレニルホスフェート、トリス(イソプロピルフェニル)ホスフェート、トリス(フェニルフェニル)ホスフェート、トリネフチルホスフェート、クレジルフェニルホスフェート、キシレニルジフェニルホスフェート、トリフェニルホスフィンオキサイド、トリクレジルホスフィンオキサイド、メタンホスホン酸ジフェニル、フェニルホスホン酸ジエチルなどのほか、レゾルシノールポリフェニルホスフェート、レゾルシノールポリ(ジ-2, 6-キシリル)ホスフェート、ビスフェノールAポリクレジルホスフェート、ハイドロキノンポリ(2, 6-キシリル)ホスフェート

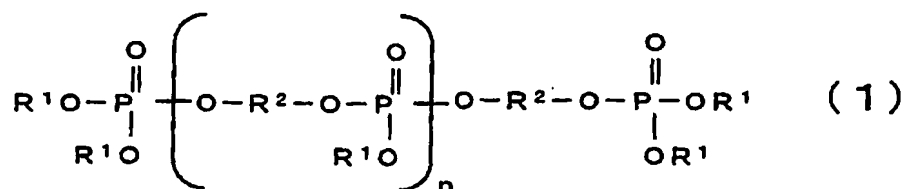
トなどが挙げられる。

【0026】

また、縮合リン酸エステル系化合物、リン酸エステルアミド化合物および有機環状リン系化合物については、例えば、一般式(1)で表される縮合リン酸エステル系化合物、一般式(2)で表されるリン酸エステルアミド化合物、一般式(3)で表される有機環状リン系化合物が挙げられる。

【0027】

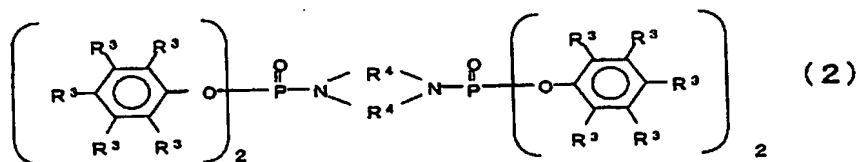
【化1】



(式中、 $\text{R}^1$ は1価の芳香族炭化水素基または脂肪族炭化水素基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよい。 $\text{R}^2$ は2価の芳香族炭化水素基であり、2個以上含まれる場合、それらは同一であってもよく異なってもよい。 $n$ は0~15を示す。)

【0028】

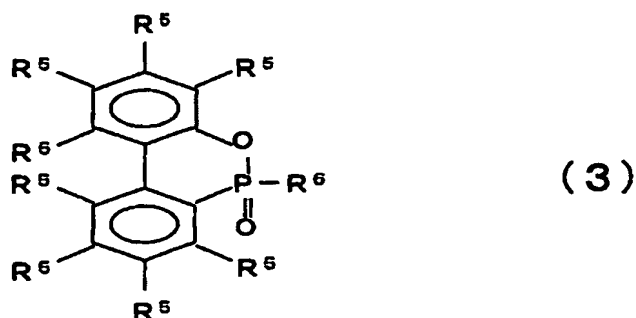
【化2】



(式中、 $\text{R}^3$ は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、 $\text{R}^4$ は2価の直鎖または分岐を有するアルキレン基、直鎖または分岐を有するヒドロキシアルキル基、シクロアルキレン基、主鎖中にエーテル酸素を有するアルキレン基、置換または非置換のアリール基、置換または非置換のアラルキル基を示し、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよい。)

【0029】

【化3】



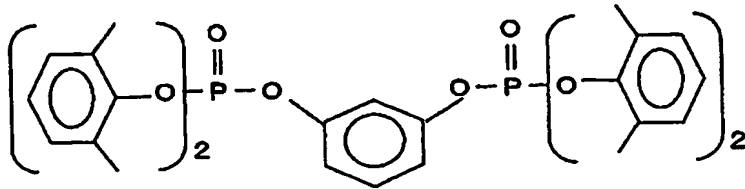
(式中、 $\text{R}^5$ は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なってもよく、 $\text{R}^6$ は水素原子、直鎖または分岐を有するアルキル基、直鎖または分岐を有するヒドロキシアルキル基、シクロアルキル基、置換または非置換のアリール基、置換または非置換のアラルキル基を示す。)

具体例としては、式；



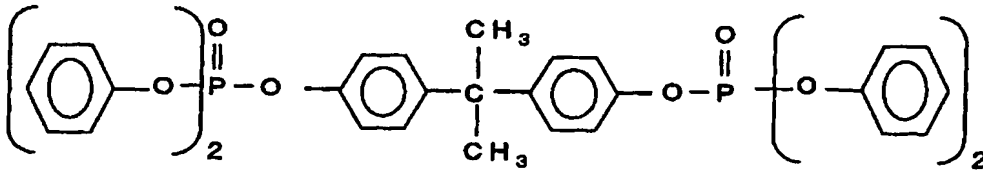
【0030】

【化4】



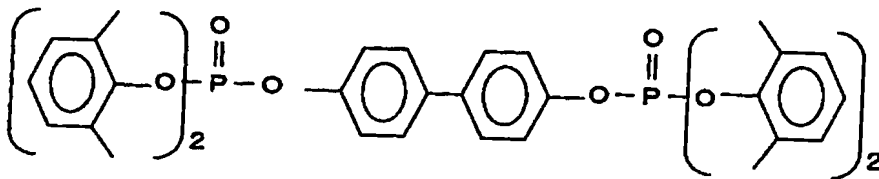
【0031】

【化5】



【0032】

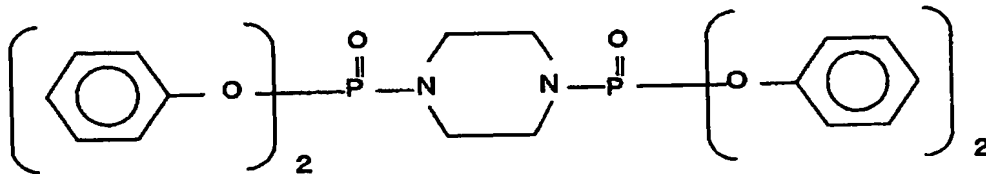
【化6】



などの一般式(1)で表される縮合リン酸エステル系化合物、

【0033】

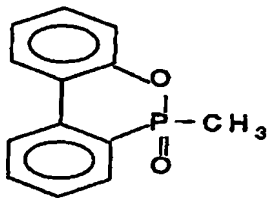
【化7】



などの一般式(2)で表されるリン酸エステルアミド化合物、

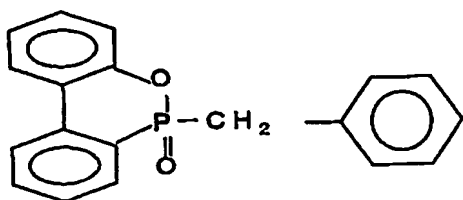
【0034】

【化8】



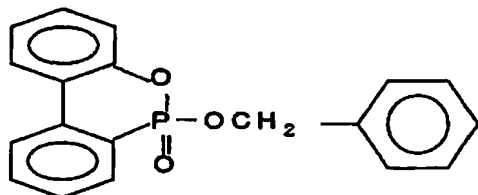
【0035】

【化9】



【0036】

【化10】



などの一般式(3)で表される有機環状リン系化合物などが挙げられる。

【0037】

上記(D)成分の使用量は、(C)成分100重量部に対し、3～30重量部が好ましく、4～25重量部がより好ましく、5～20重量部がさらに好ましい。使用量が3重量部より少ないと難燃効果が得られ難くなり、30重量部より多いと機械的特性、耐熱性、耐ドリップ性が損なわれる。

【0038】

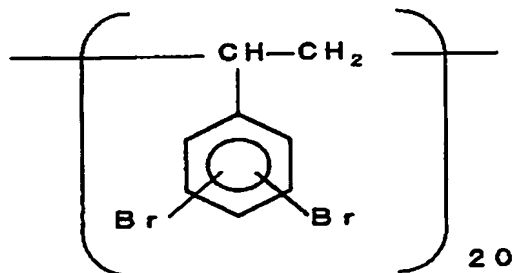
本発明に用いられる臭素系難燃剤(E)にはとくに限定はなく、一般に用いられている臭素系難燃剤であれば使用することができ、臭素含有リン酸エステル類、臭素化ポリスチレン類、臭素化ポリベンジルアクリレート類、臭素化エポキシオリゴマー類、臭素化ポリカーボネートオリゴマー類、テトラプロモビスフェノールA誘導体、臭素含有トリアジン系化合物、臭素含有イソシアヌル酸系化合物などが挙げられる。これらは1種で用いてもよく、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

【0039】

上記(E)成分の具体例としては、ペンタプロモトルエン、ヘキサプロモベンゼン、デカプロモジフェニル、デカプロモジフェニルエーテル、ビス(トリプロモフェノキシ)エタン、テトラプロモ無水フタル酸、エチレンビス(テトラプロモフタルイミド)、エチレンビス(ペンタプロモフェニル)、オクタプロモトリメチルフェニルインダン、トリス(トリプロモネオペンチル)ホスフェートなどの臭素含有リン酸エステル類、

【0040】

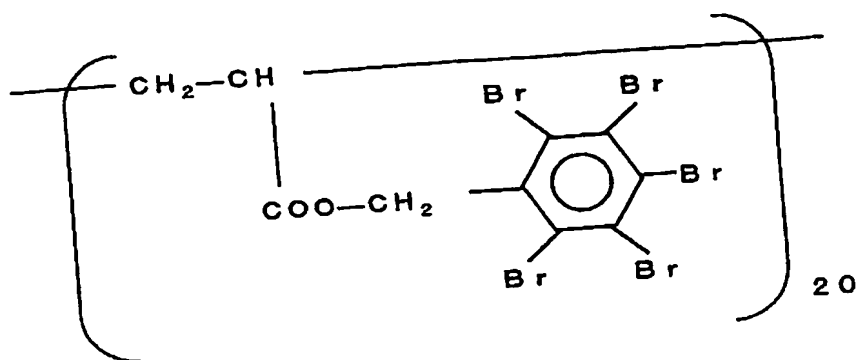
【化11】



などの臭素化ポリスチレン類、

【0041】

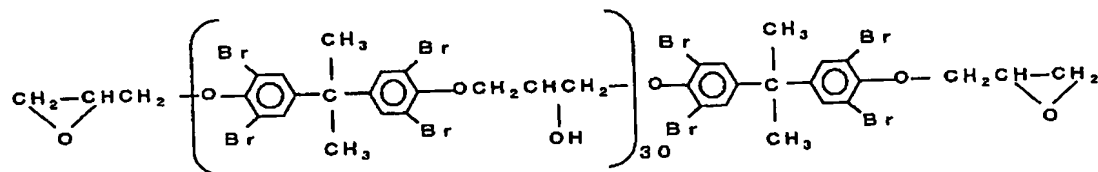
【化12】



などの臭素化ポリベンジルアクリレート類、

【0042】

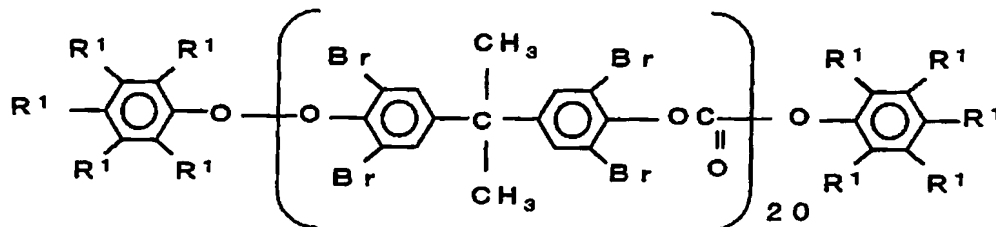
【化13】



などの臭素化エポキシオリゴマー類、

【0043】

【化14】



などの臭素化ポリカーボネートオリゴマー類、テトラプロモビスフェノールA、テトラプロモビスフェノールA-ビス(2,3-ジプロモプロピルエーテル)、テトラプロモビスフェノールA-ビス(アリルエーテル)、テトラプロモビスフェノールA-ビス(ヒドロキシエチルエーテル)などのテトラプロモビスフェノールA誘導体、トリス(トリプロモフェノキシ)トリアジンなどの臭素含有トリアジン系化合物、トリス(2,3-ジプロモプロピル)イソシアヌレートなどの臭素含有イソシアヌル酸系化合物などが挙げられる。

【0044】

これらの中では、臭素含有リン酸エステル系難燃剤、臭素化ポリスチレン系難燃剤、臭素化ベンジルアクリレート系難燃剤、臭素化エポキシ系難燃剤、臭素化ポリカーボネート系難燃剤、テトラプロモビスフェノールA誘導体、臭素含有トリアジン系化合物、臭素含有イソシアヌル酸系化合物が好ましい。

【0045】

上記(E)成分の使用量は、(C)成分100重量部に対し、2~30重量部が好ましく、3~25重量部がより好ましく、4~20重量部がさらに好ましい。使用量が2重量部より少ないと難燃効果が得られ難くなり、30重量部より多いと機械的特性、耐熱性、耐ドリップ性が損なわれる。

【0046】

本発明の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維は、有機微粒子(F)および/または無

機微粒子 (G) を混合して、繊維表面に微細な突起を形成し、繊維表面の光沢、つやを調整することができる。

【0047】

(F) 成分としては、(C) 成分と、(D) 成分および/または (E) 成分と相溶しないか、部分的に相溶しない構造を有する有機樹脂成分であれば使用することができ、たとえば、ポリアリレート、ポリアミド、フッ素樹脂、シリコン樹脂、架橋アクリル樹脂、架橋ポリスチレンなどが挙げられる。これらは1種で用いてもよく、2種以上を組み合わせで用いてもよい。

【0048】

(G) 成分としては、繊維の透明性、発色性への影響から、(C) 成分と、(D) 成分および/または (E) 成分との屈折率に近い屈折率を有するものが好ましく、たとえば、炭酸カルシウム、酸化ケイ素、酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化亜鉛、タルク、カオリン、モンモリロナイト、ベントナイト、マイカなどが挙げられる。

【0049】

本発明に使用するポリエステル系繊維は、たとえば、(C) 成分と、(D) および/または (E) 成分を、さらには、必要に応じ (F) 成分および/または (G) 成分を事前にドライブレンドした後、種々の一般的な混練機を用いて熔融混練することにより製造することができる。

【0050】

前記混練機の例としては、たとえば一軸押出機、二軸押出機、ロール、バンバリーミキサー、ニーダーなどがあげられる。これらのうちでは、二軸押出機が、混練度の調整、操作の簡便性の点から好ましい。

【0051】

本発明の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維は、前記難燃性ポリエステル系組成物を通常の熔融紡糸法で熔融紡糸することにより製造することができる。

【0052】

すなわち、たとえば、押出機、ギアポンプ、口金などの温度を250～310℃とし、熔融紡糸し、紡出糸条を加熱筒を通過させたのち、ガラス転移点以下に冷却し、50～5000m/分の速度で引き取るにより紡出糸が得られる。また、紡出糸条を冷却用の水を入れた水槽で冷却し、織度のコントロールを行なうことも可能である。加熱筒の温度や長さ、冷却風の温度や吹付量、冷却水槽の温度、冷却時間、引取速度は、吐出量および口金の孔数によって適宜調整することができる。

【0053】

得られた未延伸糸は熱延伸されるが、延伸は未延伸糸を一旦巻き取ってから延伸する2工程法および巻き取ることなく連続して延伸する直接紡糸延伸法のいずれの方法によってもよい。熱延伸は、1段延伸法または2段以上の多段延伸法で行なわれる。熱延伸における加熱手段としては、加熱ローラ、ヒートプレート、スチームジェット装置、温水槽などを使用することができ、これらを適宜併用することもできる。

【0054】

本発明のポリエステル系繊維 (B) には、必要に応じて、耐熱剤、光安定剤、蛍光剤、酸化防止剤、静電防止剤、顔料、可塑剤、潤滑剤などの各種添加剤を含有させることができる。顔料を含有させることにより、原着繊維を得ることができる。

【0055】

本発明のポリエステル系繊維 (B) が原着されている場合、そのまま使用することができるが、原着されていない場合、通常の難燃性ポリエステル系繊維と同様の条件で染色することができる。

【0056】

染色に使用される顔料、染料、助剤などとしては、耐候性および難燃性のよいものが好ましい。

【0057】

本発明のポリエステル系繊維 (B) は、美容熱器具 (ヘアアイロン) を用いたカールセット性に優れ、カールの保持性にも優れる。また、繊維表面の凹凸により、適度に艶消されており、人工毛髪として使用することができる。さらに、繊維表面処理剤、柔軟剤などの油剤を使用し、触感、風合を付与して、より人毛に近づけることができる。

#### 【0058】

本発明の繊維束は、上記人毛 (A) とポリエステル系繊維 (B) を混合したものである。人毛 (A) とポリエステル系繊維 (B) の混合割合は、各種スタイルの要求品質により適宜選択されるものであるが、その範囲は、(A) 成分 / (B) 成分 = 90 重量部 / 10 重量部 ~ 10 重量部 / 90 重量部、好ましくは 85 重量部 / 15 重量部 ~ 15 重量部 / 85 重量部、さらに好ましくは 80 重量部 / 20 重量部 ~ 20 重量部 / 80 重量部である。

(B) の混合割合が 10 重量部未満、または (A) の混合割合が 90 重量部を超えると、人毛の欠点である吸水時のセット性が弱い、カール径が大きい、シャンプーでカールが伸びる等の特性が改善されず、(B) の混合割合が 90 重量部を超える、または (A) の混合割合が 10 重量部未満では、人毛の優れた特性である自然な触感、ヘアアイロン処理時にスタイルを固定するための冷却時間が不要等の特徴が損なわれてしまう。

#### 【0059】

本発明の毛髪用繊維束を加工した頭飾製品としては、具体的には、ウィッグ、ブレード、ヘアアクセサリ、人形の頭髪のような頭飾製品が例示できるが、特にウィッグ、ヘアアクセサリが好ましい。

#### 【0060】

ウィッグとは、婦人用、紳士用を問わず、頭部に面に取り付ける主におしゃれを楽しむための装飾品であり、その装着面積によって部分ウィッグ、ハーフウィッグ、七分ウィッグ、フルウィッグに分けられる。

#### 【0061】

一方、ヘアアクセサリとは、自毛や頭皮に取り付けるウィッグを除く装飾品の総称であり、例えば、ヘアピンやヘアクリップなどを介して自毛に取り付け、自毛を長く見せるエクステンションや、頭皮に沿って網状に編んで自毛に縫い合わせたり、頭皮や自毛に接着剤等で主に帯状に取り付けるウィーピング (単に繊維を束ねたものや、当業者では、一般にウェフトと呼ばれる繊維を腰蓑状に加工した繊維束、さらにそれらにカール形状を付与した装飾品) などが挙げられる。

#### 【0062】

本発明の毛髪用繊維束を用いて、これらの頭飾製品を加工する方法は、公知の製法で行える。例えば、ウィッグを作る場合には、該繊維束ウィッグ用ミシンで縫製して蓑毛を作り、これをパイプに巻いてスチームセットにてカールを付与し、カールの付いた蓑毛をヘアキャップに縫い付け、スタイルを整えることにより作製できる。

#### 【実施例】

#### 【0063】

つぎに、本発明を実施例に基づいてさらに具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

#### 【0064】

なお、実施例中の評価方法は、以下の通りである。特に断らない限り、下記の熱収縮性、LOI 値、耐ドリップ性は、実施例、比較例で使用される繊維 (フィラメント) の評価であり、難燃性、ヘアアイロン処理と冷却有無、スチームセット、触感等は、で作製した繊維束としての評価である。

#### (熱収縮性)

セイコー電子工業 (株) 製、SSC5200H 熱分析 TMA / SS150C を用いて、フィラメントの熱収縮率を測定する。長さ 10 mm のフィラメント 10 本を取り 5.55 mg / d t e x の荷重をかけ、昇温速度 3 °C / 分で 30 ~ 280 °C の範囲で熱収縮率を測定し、180 °C での熱収縮率を評価する。

#### (限界酸素指数、LOI 値)

16 cm/0.25 gのフィラメントを秤量し、端を軽く両面テープでまとめ、懸燃器で挟み燃りをかける。十分に燃りがかかったら、試料の真中を二つに折り2本を燃り合わせる。端をセロテープ（登録商標）で止め、全長7 cmになるようにする。105℃で60分間前乾燥を行ない、さらにデシケーターで30分以上乾燥する。乾燥したサンプルを所定の酸素濃度に調整し、40秒後8~12 mmに絞った点火器で上部より着火し、着火後点火器を離す。5 cm以上燃えるか、3分以上燃え続けた酸素濃度を調べ、同じ条件で試験を3回繰り返し、限界酸素指数（LOI値）とする。LOI値が大きいほど燃え難く、難燃性が高い。

（耐ドリップ性）

織度約50 d t e xのフィラメントを150 mmの長さに切り、0.7 gを束ね、一方の端をクランプで挟んでスタンドに固定して垂直に垂らす。有効長120 mmの固定したフィラメントに20 mmの炎を3秒間接炎し、燃焼させ、消火するまでのドリップ数をカウントし、ドリップ数が0を◎、5以下を○、6~10を△、11以上を×として評価する。

（難燃性）

織度約50 d t e xのフィラメントを150 mmの長さに切り、0.7 gを束ね、一方の端をクランプで挟んでスタンドに固定して垂直に垂らす。有効長120 mmの固定したフィラメントに20 mmの炎を3秒間接炎し、火炎を遠ざけた後の燃焼時間を測定し、燃焼時間が1秒未満を◎、1秒~5秒未満を○、5秒~8秒未満を△、8秒以上を×として評価する。

（アイロンセット性）

ヘアアイロンによるカールセットのしやすさ、カール形状の保持性の指標である。フィラメントを180℃に加熱したヘアアイロンにかるく挟み、3回抜き予熱する。このときのフィラメント間の融着、櫛通り、フィラメントの縮れ、糸切れを目視評価する。つぎに、予熱したフィラメントをヘアアイロンに巻きつけ、10秒間保持し、アイロンを引き抜く。このときの抜きやすさ（ロッドアウト性）、抜いたときのカールの保持性を目視評価する。

（ヘアアイロン処理における冷却の要/不要）

長さ45 cm、総織度約15万 d t e x繊維束を2つ折にして一方の端を糸でくくって束ねて試料とする。この繊維束をテスト用のマネキンヘッドに固定して吊り下げヘアアイロンで毛先から毛束を巻き込んだ後、ヘアアイロンを抜き取りカールを付与する。このままカールが維持される試料については、冷却処理が必要でないと判断する。このときカールが伸びてしまった試料については、冷却処理が必要であると判断する。

（スチームセット）

長さ30 cm、総織度5万 d t e xの繊維束を、φ25 mmアルミパイプにスパイラルに巻き、ゴムバンドで固定した後、高圧殺菌装置（平山製作所（株）製）内に挿入して密閉し、スチームを発生させて120℃に昇温し、120℃になってから1時間セットする。冷却後、繊維束をパイプからはずして5分間水に浸漬し吸水させてから、ろ紙で表面の水分を取り除いた後にカールした繊維束の一方の端を固定して吊り下げる。セット性は、吊り下げた直後の長さ（セット前のカールが付いていない初期長は25 cm）を測定した。シャンプー耐久性は、吊ったままで乾燥し、再度水に浸漬して吸水させることを3回繰り返した後の長さを測定した。それぞれ測定値が長くなるほどカールが伸びていることを示し、25 cmになるとカールが取れてまっすぐになったことを示す。カール径は、上述したセット吸水直後のカール状繊維束の内径を測定した。

（触感）

専門美容師による官能評価を行い、人毛に似た非常に柔らかな風合い：○、人毛に比べやや硬い風合い：△、人毛に比べ硬い風合い：×とした3段階で評価する。

（美容特性）

繊維束を蓑毛にし、これをφ60 mmのパイプに巻いて、120℃でスチームセットしてカールを付与し、カールの付いた蓑毛をヘアキャップに縫い付けてショートボブスタイ

ルのウィッグを作製し、専門美容師により、毛先カール保持性、カールの安定性、中間部のストレート性、スタイルの順応性、商品の触感およびくし通りを評価する。毛先カール保持性は、スタイルに必要なカールが毛先に付与されており、その形状を維持している、また、霧吹きなどで水分を十分に吸収させ、乾燥させた後でも、その形状を維持しているかどうかを評価する。カールの安定性は、商品を実用的な範囲で振り、そのときにスタイルが維持しているかどうかを評価する。中間部のストレート性は、スタイルに不要な中間部のカールの出現が抑えられているかどうかを評価する。商品の触感は、人毛に近いこし（硬過ぎず柔らか過ぎず）を有し、また、不自然ながさつきがないかどうかを評価する。くし通りは、スムーズにコーミングができるかどうかを評価する。

（製造例 1～10）

表 1 に示す比率の組成物を水分量 100ppm 以下に乾燥した後に着色用ポリエステルペレット P E S M 6 1 0 0 B L A C K（大日精化工業（株）製、カーボンブラック含有量 30%）2 部を添加してドライブレンドし、二軸押出機に供給し、280℃で熔融混練し、ペレット化したのちに、水分量 100ppm 以下に乾燥させた。ついで、熔融紡糸機で 280℃で、図 1 に示すメガネ型ノズルを用いて、紡糸口金より熔融ポリマーを吐出し、口金下 30mm の位置に設置した水温 50℃の水浴中で冷却し、100m/分の速度で巻き取って未延伸糸を得た。得られた未延伸糸を 80℃の温水浴中で延伸を行ない、4 倍延伸糸とし、200℃に加熱したヒートロールを用いて、100m/分の速度で巻き取り、熱処理を行ない、単繊維繊度が 65dtex 前後のポリエステル系繊維（マルチフィラメント）を得た。得られたポリエステル系繊維に P O / E O ランダムポリエーテル（重量平均分子量：20000）とカチオン系帯電防止剤を 0.05%omf 塗布した。

【0065】

【表1】

		製造例									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
(C)	ポリエチレンテレフタレートA*1	100	100	100	85	100	100	100	100	70	100
	ポリブチレンテレフタレートB*2									30	
	ポリエチレンテレフタレート /ポリアリレートアロイ*3				15						
(D)	リン系難燃剤A*4	10							5		
	リン系難燃剤B*5		10								
	リン系難燃剤C*6			8	8						
(E)	臭素系難燃剤A*7					8					
	臭素系難燃剤B*8						12	12		12	12
	ポリアリレート*9							0.5			
(F)	PKP-53*10	1	0.5	0.6	0.6	1	0.5		1	0.6	0.6
	イムシルA-8*11	1	0.5	0.6			0.5		1	0.3	
	単繊維織度 (d t e x)	67	65	67	66	65	66	67	66	65	110
(G)	LOI値	26	27	27	28	29	29	29	23	28	29
	180℃での熱収縮性	3	2	2	3	3	3	2	2	9	3
	耐ドリップ性	○	○	◎	◎	◎	◎	◎	○	△	◎

\*1: ベルベットEFG-85A、カネボウ合繊(株)製

\*2: ベルベットEFG-10、カネボウ合繊(株)製

\*3: U-ポリマーU-4025、ユニチカ(株)製

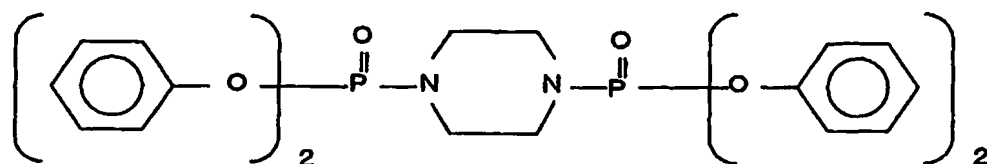


\* 4 : PX-200、大八化学工業（株）製

\* 5 :

【0066】

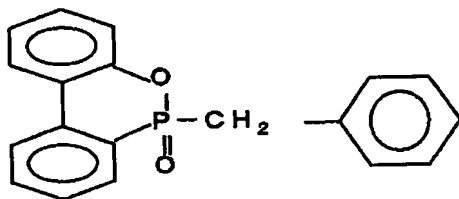
【化15】



\* 6 :

【0067】

【化16】



\* 7 : CR-900、大八化学工業（株）製

\* 8 : SR-T20000、阪本薬品工業（株）製

\* 9 : U-ポリマーU-100、ユニチカ（株）製

\* 10 : PKP-53、富士タルク（株）製

\* 11 : イムシルA-8、UNIMIN社製

製造例1～7および比較製造例1で得られたポリエステル系繊維について、単繊維繊度、180℃での熱収縮率、耐ドリップ性を評価した結果を（表1）に示した。

【0068】

（実施例1～12）

製造例1～7のポリエステル系繊維と繊度68dtexの市販の人毛を表2に示した割合で混合し、ハックリングして糸状を整えた。

【0069】

【表 2】

		実施例											
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
(A)	人毛	30	30	15	30	50	30	30	15	30	50	70	30
(B)	製造例 1	70											
	製造例 2		70										
	製造例 3			85	70	50							
	製造例 4						70						
	製造例 5							70					
	製造例 6								85	70	50	30	
	製造例 7												70

この繊維束を用いて、上記評価方法により、難燃性、スチームセット性（セット性、カール径、シャンプー耐久性）、ヘアアイロンセットの冷却有無、触感を評価した結果を表 3 に示す。さらに、繊維束を蓑毛にし、これを  $\phi 60 \text{ mm}$  のパイプに巻いて、 $120^\circ\text{C}$  でスチームセットしてカールを付与し、カールの付いた蓑毛をヘアキャップに縫い付けてシ

ショートボブスタイルのウィッグを作製し、美容特性を評価した結果を表3に示す。

【0070】

【表3】

		実施例											
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
難燃性	セット性	○	○	◎	◎	○	◎	◎	◎	◎	○	○	◎
	スチームセット (120℃)	13.5	12.0	11.0	12.0	14.0	13.0	13.5	11.5	12.5	12.5	16.0	12.5
	カーン径	2.7	2.5	2.4	2.5	2.7	2.5	2.7	2.4	2.5	2.5	2.9	2.4
	シャンプー	14.5	13.5	12.0	13.0	15.0	13.5	14.5	12.5	14.5	14.5	17.0	13.9
触感	アイロンセット性 (180℃)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	ヘアアイロン冷却の要/不要	不要	不要	要	不要	不要	不要	不要	要	不要	不要	不要	不要
	毛先のカーン保持性	○	○	○	○	○	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
	カーンの安定性	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
美容特性	中間部のストレート性	○	○	△	○	◎	○	○	△	○	○	◎	○
	スタイルの順応性	○	○	○	○	◎	○	○	○	○	○	○	○
	商品の触感	○	○	△	○	◎	○	○	△	○	○	◎	○
	くし通り性	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎

(比較例 1～7)

市販のポリエステル系繊維 (Artlon、南昌製、LOI値: 20、180℃での熱収縮率: 11%、耐ドリップ性: ×) および製造例 8～10 と繊維度 68 d t e x の市販の人毛を表 4 に示した割合で混合し、ハックリングして糸状を整えた。

【0071】

【表 4】

		比較例						
		1	2	3	4	5	6	7
(A)	人毛		30	50	100	30	30	30
(B)	Artlon	100	70	50				
	製造例 8					70		
	製造例 9						70	
	製造例 10							70

この繊維束を用いて、上記評価方法により、難燃性、スチームセット性 (セット性、カール径、シャンプー耐久性)、ヘアアイロンセットの冷却有無を評価した結果を表 5 に示す。さらに、実施例と同様にショートボブスタイルのウィッグを作製し、美容特性を評価した結果を表 5 に示す。

【0072】

【表5】

		比較例						
		1	2	3	4	5	6	7
難燃性	スチームセット (120℃)	×	×	×	○	×	○	◎
	セット性	13.0	14.0	15.0	20.0	13.0	18.0	12.0
	カール径	2.6	2.8	2.9	4.1	2.5	2.5	3.1
	シャンプー	14.0	15.0	16.0	22.5	14.0	20.0	12.9
アイロンセット性 (180℃)		×	×	×	○	○	○	○
	ヘアアイロン冷却の要/不要	-	-	-	不要	不要	要	不要
触感		×	×	△	○	○	○	×
		◎	○	○	×	◎	△	○
美容特性	毛先のカール保持性	×	×	△	△	○	△	○
	カールの安定性	×	×	△	◎	△	○	×
	中間部のストレート性	×	×	△	×	○	○	×
	スタイルの順応性	△	△	○	◎	△	○	×
	商品の触感	△	△	○	◎	○	○	○
	くし通り性	△	△	○	◎	○	○	○

表3および表5に示したように、比較例に対し、実施例では、熱収縮性、LOI値、耐ドリップ性、燃焼性、スチームセット性（セット性、カール径、シャンプー耐久性）、ヘアアイロンセットの冷却有無に優れることが確認された。また、実施例では、人毛と同様に中間部のストレート性が良好で、面の揃いがきれいであり、触感やくし通りがよく、かつ、人毛に比べて吸水後でもカール形状が保持され、このため、カール安定性や順応性がよくなり、きれいなスタイルに仕上がっている。従って、今回の難燃性を付与したポリエステル系繊維（B）90～10重量部と人毛（A）10～90重量部を混合した毛髪用繊維束は、従来の非難燃性のポリエステル系繊維と人毛を混合した毛髪用繊維束に比べ、難燃性、耐熱性、触感等人毛の特徴を損なうことなく、カール特性の欠点を改善し、品質斑の少ない毛髪用繊維およびそれらからなる頭飾製品として用いることが可能であることを確認した。

## 【書類名】 要約書

## 【要約】

【課題】 難燃性、耐熱性、触感等人毛の特徴を損なうことなく、カール特性の欠点を改善し、品質斑の少ない毛髪用繊維およびそれらからなる頭飾製品を提供する。

【解決手段】 人毛（A）10～90重量部とLOI値が25以上、かつ180℃の熱収縮率が5%以下であり、単繊維繊度が20～100dtexであるポリエステル系繊維（B）90～10重量部を混合した毛髪用繊維束であって、前記（B）成分が、ポリアルキレンエチレンテレフタレートおよびポリアルキレンエチレンテレフタレートを主体とする共重合ポリエステル（C）とリン系難燃剤（D）および／または臭素系難燃剤（E）を溶融混練して得られる組成物から形成されたポリエステル系繊維を用いることで、上記課題を解決した毛髪用繊維束およびそれらからなる頭飾製品が得られる。

【選択図】 なし

特願 2003-358312

出願人履歴情報

識別番号

[000000941]

1. 変更年月日

1990年 8月27日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号

氏 名

鐘淵化学工業株式会社

2. 変更年月日

2004年 9月 1日

[変更理由]

名称変更

住 所

大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号

氏 名

株式会社カネカ